

UA 38454 A

(51) IPC⁷ C01G23/02

(54) METHOD OF PRODUCING MIXED CRYSTALS OF TITANIUM AND ALUMINIUM TRICHLORIDES

(21) 2000073995

(22) 06.07.2000

(24) 15.05.2001

(33) UA

(46) 15.05.2001, Bul. No 4, 2001

(72) Vera M. Zavadvovska et al.

(73) The State Scientific and Research Titanium Institute, the Zaporozhsky State Titanium-Magnesium Combine

(57) Method of producing mixed crystals of titanium and aluminium trichlorides, said method including preliminary mixing titanium tetrachloride with ground aluminium, adding titanium tetrachloride for an excess thereof, and subsequently reducing the titanium tetrachloride in the presence of free halogen and/or aluminium chloride with distillation of products which are evaporated, **characterized** in that the titanium tetrachloride is reduced with an aluminium powder having a water covering power of 7000-9000 cm²/g in an inert gas atmosphere.



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 38454

(13) A

(51) 7 C01G23/02

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальністю
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ЗМІШАНИХ КРИСТАЛІВ ТРИХЛОРИДІВ ТИТАНУ ТА АЛЮМІНІЮ

(21) 2000073995

(22) 06.07.2000

(24) 15.05.2001

(33) UA

(46) 15.05.2001, Бюл. № 4, 2001 р.

(72) Заведовська Віра Миколаївна, Дрогжєв Володимир Іванович, Матєєєв Ігор Володимирович, Кравцов Анатолій Іванович, Шкурїн Борис Миколайович, Сидоренко Сергій Андрійович, Мишенєв Сергій Васильович, Гурєв Валерій Петрович, Степанішєва Діна Фатієвна

(73) Державний науково-дослідний та проєктний інститут титану, Запорізький державний титано-

магнієвий комбінат

(57) Спосіб одержання змішаних кристалів трихлоридів титану та алюмінію, який включає попереднє змішування тетрахлориду титану з подрібненим алюмінієм, додавання тетрахлориду титану до його надлишку та наступне його відновлення у присутності вільного галогену та/або хлориду алюмінію з відгонкою продуктів, що випаровуються, який відрізняється тим, що відновлюють тетрахлорид титану алюмінієвою пудрою з покривальною здатністю на воді 7000-9000 см²/г в середовищі інертного газу.

Винахід стосується способу одержання нечких хлоридів титану та може бути використаний у металургії титану для очистки тетрахлориду титану, а також у хімії полімерних сполучень.

Відомий "Спосіб одержання нечких хлоридів титану" шляхом хлорування тетрахлориду титану хлор-повітряною сумішшю у присутності порошкоподібного алюмінію при температурі 130-140°С, а.с. СРСР № 662601 від 08.07.75 р., С01G 23/02. Проте даний спосіб характеризується низькою реакційною здатністю продукту, що одержують, при подальшому його використанні в якості реагенту в хімічній очистці тетрахлориду титану та низьким коефіцієнтом використання алюмінію - близько 50%.

Найбільш близьким технічним рішенням, прийнятим як прототип, є "Спосіб одержання нечких хлоридів титану" за а.с. СРСР № 255577 від 04.09.68, С22В 34/12, відповідно до якого тетрахлорид титану, узятий з надлишком, відновлюють подрібненим металевим відновником у присутності хлориду алюмінію. Як подрібнений металевий відновник застосовують алюмінієву пудру марки ПЛК-3, що характеризується покривальною здатністю на воді 6000 см²/г. Суміш реагентів, що складається з тетрахлориду титану, розчину хлориду алюмінію в тетрахлориді титану та алюмінієвої пудри, хлорують. Відбувається довільне нагрівання суміші реагентів до кіпіння та відганяння тетрахлориду титану і хлориду алюмінію, що випаровуються.

Аналіз способу показав, що продуктом відновлення з однофазна змішана сіль трихлориду титану та алюмінію.

Проте за даною технологією виходять кристали з низькою реакційною здатністю, що виявляється при подальшому їх використанні у хімічній очистці тетрахлориду титану від домішок.

В основу винаходу поставлено задачу підвищення реакційної здібності змішаних кристалів за рахунок інтенсифікації процесу їх одержання.

Поставлена задача досягається тим, що у відомому способі одержання змішаних кристалів трихлориду титану та алюмінію, що включає змішування тетрахлориду титану з подрібненим алюмінієм, додавання тетрахлориду титану до його надлишку та наступне його відновлення в присутності вільного галогену та/або хлориду алюмінію з відганянням продуктів, що випаровуються, тетрахлорид титану відновлюють алюмінієвою пудрою з покривальною здатністю на воді, що дорівнює 7000-9000 см²/г, в інертному газовому середовищі.

Відновлення тетрахлориду титану алюмінієвою пудрою з покривальною здатністю на воді 7000-9000 см²/г при середній швидкості процесу, яка є однаковою для пудри з будь-якою покривальною здатністю, в початковий момент проходить із різким стрибком тиску в апараті, інтенсивним виділенням тепла, миттєвими досягненням максимальної температури процесу, що вказує на дуже високу швидкість реакції. Якраз у цей період відганяється основна маса тетрахлориду титану та хлориду алюмінію, що випаровуються. Усе це характеризує високу інтенсивність процесу та, як виявилось, призводить до підвищення реакційної здібності змішаної солі, що одержують. Застосу-

A

(13)

38454

(11)

UA

(19)

вання інертного середовища дозволяє максимально підвищити її реакційну здібність.

Відновлення тетрахлориду титану алюмінієвою пудрою з покривальною здатністю на воді менше 7000 см³/г призводить до зниження інтенсивності відновлення в початковий момент, кількість тетрахлориду титану, що відіганьється, значно зменшується, частки алюмінію укриваються кристалами змішаної солі та не реагують до кінця.

При відновленні тетрахлориду титану алюмінієвою пудрою з покривальною здатністю на воді більше 9000 см³/г початковою стадією відновлення проходить настільки бурхливо, що випаровується уся маса тетрахлориду титану, що призводить до спікання змішаної солі, в реакторі підвищується тиск аж до викидання суміші з апарату. Одержаний спечений продукт має дуже низьку реакційну здатність. Поставлена задача не досягається.

Спосіб, що пропонується, здійснюється таким чином.

Алюмінієву пудру з покривальною здібністю на воді 7000÷9000 см³/г і тетрахлорид титану змішують у співвідношенні 1:(20÷40) та переводять у реактор.

Потім у реактор додають чистий тетрахлорид титану, а також тетрахлорид титану, що випарився та сконденсувався в попередньому процесі, та містить хлорид алюмінію. Загальна кількість тетрахлориду титану складає 75÷95 кг на 1 кг алюмінієвої пудри. В реактор подають хлор-азотну суміш до моменту початку відновлення тетрахлориду титану, який визначається за різким підвищенням тиску та температури у реакторі, після чого подача хлору припиняється. Тетрахлорид титану та хлорид алюмінію, що випаровується, відганяють у окрему ємність і використовують у наступному процесі. Процес відновлення проходить і закінчується довільно.

Реакційну здатність змішаної солі оцінюють по витратам змішаної солі на очистку технічного тетрахлориду титану від домішок. З підвищенням реакційної здібності витрати солі на очистку зменшуються.

Приклад 1.

В окремій ємності готували суспензію алюмінієвої пудри в тетрахлориді титану. 190 кг тетрахлориду титану змішували з 9 кг алюмінієвої пудри, покривальна здатність якої 7000 см³/г.

У реактор заливали сконденсовану у попередньому процесі суміш тетрахлориду титану та хлориду алюмінію, суспензію та очищений тетрахлорид титану. Загальна вага матеріалу, що завдавали у реактор. Взаємодія алюмінієвої пудри з хлором проходила з виділенням тепла, реакційна суміш розігрілася до температури 80°C. Потім у реакторі різко підвищується тиск і температура різко піднялася до 136°C, відігналося 190 кг суміші тетрахлориду титану з хлоридом алюмінію. Процес закінчився, коли температура в реакторі почала зникати. В результаті одержано 620 кг пульпи змішаної солі трихлоріда титану та алюмінію в тетрахлориді титану, яку направили на очистку технічного тетрахлориду титану від домішок.

Реакційну здібність оцінювали за витратами змішаної солі на очистку технічного тетрахлориду

титану від домішок, при цьому очищено 9000 кг технічного тетрахлориду. Витрата змішаної солі у перерахуванні на металевий алюміній складала 0,56 кг на 1 кг суми домішок у тетрахлориді титану. Коефіцієнт використання алюмінію складає 97,99%.

Приклад 2.

Змішану сіль одержали як у прикладі 1. Суспензію приготували з 192 кг тетрахлориду титану та 9 кг алюмінієвої пудри, покривальна здібність якої на воді 9000 см³/г.

У процесі одержання змішаної солі відігнано 155 кг суміші тетрахлориду титану з хлоридом алюмінію та одержано 605 кг пульпи змішаної солі в тетрахлориді титану. Цю пульпу використали для очистки 9300 кг технічного тетрахлориду титану. Витрата змішаної солі на очистку у перерахуванні на металевий алюміній складала 0,54 кг на 1 кг суми домішок в тетрахлориді титану.

Коефіцієнт використання алюмінію складає 98,87%.

Приклад 3.

Одержання змішаної солі проведено, як у прикладі 1. Суспензію приготували з 190 кг тетрахлориду титану та 9 кг алюмінієвої пудри, покривальна здібність якої на воді 6000 см³/г. В процесі одержання змішаної солі відігнано 30 кг суміші тетрахлориду титану з хлоридом алюмінію та одержано 730 кг пульпи змішаної солі в тетрахлориді титану. За допомогою цієї пульпи очищено 6900 кг технічного тетрахлориду титану. Витрата змішаної солі на очистку в перерахуванні на металевий алюміній складала 0,73 кг на 1 кг суми домішок у тетрахлориді титану. Коефіцієнт використання алюмінію складає 95%.

Приклад 4.

Одержання змішаної солі проведено як у прикладі 1. Суспензію приготували з 191 кг тетрахлориду титану та 9 кг алюмінієвої пудри, покривальна здібність якої на воді 9560 см³/г.

При проведенні процесу відновлення різко підвищився тиск і температура, реакційну суміш викинуло з реактору. У результаті одержали не пульпу, а спечений продукт, який роздроблювали ручним способом і заливали тетрахлоридом титану та потім використали для очистки технічного тетрахлориду. При цьому очистили 500 кг технічного тетрахлориду титану. Витрата на очистку складала 10 кг на 1 кг суми домішок у тетрахлориді титану.

Приклад 5 (за прототипом).

Одержання змішаної солі проведено як у прикладі 3 без подавання азоту в реактор. При цьому відігнано 28 кг суміші тетрахлориду титану з хлоридом алюмінію та одержано 932 кг пульпи змішаної солі в тетрахлориді титану. За допомогою цієї пульпи очищено 6600 кг технічного тетрахлориду титану. Витрата змішаної солі на очистку при перерахуванні на металевий алюміній складала 0,76 кг на 1 кг суми домішок у тетрахлориді титану.

Коефіцієнт використання алюмінію складає 94,43%.

Результати дослідів систематизовані в таблиці.

Таблиця

№№ дослідів	Покривальна здібність алюмінієвої пудри на воді, см ³ /г	Середовище в реакторі	Витрата змішаної солі на очистку в перерахуванні на металевий алюміній, кг/кг суми домішок	Коефіцієнт використання алюмінію, %
1.	7000	азот	0,56	97,99
2.	9000	азот	0,54	98,87
3.	6000	азот	0,73	95,00
4.	9560	азот	Процес іде з виходом продуктів реакції	-
5.	9000	повітря	0,76	94,43

Таким чином використання способу, що пропонується, дозволяє значно підвищити реакційну здатність змішаної солі, тому що, як видно з таблиці, витрата змішаної солі на очистку тетрахло-

риду титану знижується в 1,4 рази, порівняно з прототипом. Крім того, додатково підвищується коефіцієнт використання алюмінію до 98-99%.

ДІП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2001 р. Формат 60х84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
(044) 268-25-22